

MICROESTRUTURA E MICRODUREZA DA LIGA AL-SI-NI EUTÉTICA TRATADA POR REFUSÃO SUPERFICIAL A LASER*

Lucas Ribeiro Ramos¹

Rafael Kakitani²

Noé Cheung³

Amauri Garcia⁴

Resumo

Este trabalho investigou as alterações microestruturais e de dureza em amostras da liga eutética Al-11%Si-5%Ni submetidas ao tratamento por refusão superficial a laser (RSL). Nos tratamentos, foram realizadas seis combinações de parâmetros de velocidade de varredura (V) e potência (P) do laser. As seis trilhas resultantes do processo de refusão a laser foram examinadas por microscopia óptica para verificação da mudança das dimensões das trilhas, por microscopia eletrônica de varredura para averiguação do refino microestrutural e por ensaios de microdureza Vickers para verificação do aumento de dureza. Foi estabelecida uma correlação entre espaçamento dendrítico primário (λ_1) e microdureza envolvendo resultados do presente experimento RSL e outro envolvendo fundição convencional. A RSL foi eficaz no refinamento da microestrutura, formando dendritas de α -Al e região eutética interdendrítica, obtendo λ_1 mínimo de 0,86 μm e elevação da microdureza em até 88% se comparada a microestrutura bruta de fundição.

Palavras-chave: Refusão superficial a laser; Microestrutura; Microdureza; Liga de alumínio.

MICROSTRUCTURE AND MICROHARDNESS OF EUTECTIC AL-SI-NI ALLOY TREATED BY LASER SURFACE REMELTING

Abstract

This work investigated the resulting microstructure and microhardness changes of an eutectic alloy Al-11%Si-5%Ni alloy samples submitted to laser surface remelting (LSR) treatment. The treatments consisted of six laser beam parameters combinations of scanning speed (V) and power (P). The six tracks resulting from the laser remelting process were examined by optical microscopy to verify the track dimension changes, by scanning electronic microscopy to examine the microstructural fineness and by Vickers microhardness tests to verify the hardness increase. Data from the present RSL experiment and from conventional casting were used to establish a correlation between primary dendritic spacing (λ_1) and hardness. The RSL treatment was very effective in the microstructure refinement, consisting of α -Al and dendritic eutectic region, obtaining $\lambda_1=0,86 \mu\text{m}$, and an increase up to 88% in microhardness comparing to conventional casting microstructure.

Keywords: Laser surface remelting; Microstructure; Microhardness; Aluminum alloy.

¹ Graduando em Engenharia Mecânica, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, São Paulo e Brasil.

² Engenheiro Mecânico, Doutorando, Departamento de Engenharia de Manufatura e Materiais, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, São Paulo e Brasil.

³ Engenheiro Mecânico, Doutor, Professor, Departamento de Engenharia de Manufatura e Materiais, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, São Paulo e Brasil.

⁴ Engenheiro Mecânico, Doutor, Professor, Departamento de engenharia de Manufatura e Materiais, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, São Paulo, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Na indústria automobilística e aeronáutica, as ligas de alumínio são utilizadas devido a sua baixa densidade, boa resistência à corrosão e alta resistência mecânica específica, assegurando veículos mais leves e com menor consumo de combustível [1-3]. Para atender a demanda por materiais com propriedades mecânicas superficiais superiores, e.g. alta resistência ao desgaste [4], os tratamentos superficiais a laser têm se revelado como um conjunto interessante de técnicas de modificação microestrutural localizada [5].

Dentre os tipos de tratamentos que compõe o conjunto, a refusão superficial a laser (RSL) possui grande potencial para melhorar as resistências à corrosão e ao desgaste das ligas de Al [6-8]. A RSL consiste na radiação do laser sobre a superfície até a sua fusão completa, atingindo uma profundidade de camada desejada. A resolidificação que se segue, em função da existência de um volumoso substrato frio, se dá sob taxas de resfriamento elevadíssimas ($10^5 - 10^8$ °C/s) [9], conduzindo a microestruturas extremamente refinadas na superfície. Com uma microestrutura mais refinada, espera-se obter uma superfície com propriedades melhores do que o metal base. Do ponto de vista metalúrgico, várias microestruturas podem ser obtidas ao se variar a potência do feixe incidente e o tempo local de sua interação com o substrato, já que a profundidade do poço de material líquido e o campo térmico são conseqüentemente afetados.

Em vista disso, o objetivo desse trabalho é analisar o tratamento de refusão superficial a laser em amostras da liga eutética Al-11%Si-5%Ni, verificando seus efeitos sob o ponto de vista da microestrutura e microdureza, visando obter uma estrutura refinada e a elevação da dureza na região tratada comparadas às obtidas via fundição convencional. Ligas baseadas no sistema Al-Si-Ni são usadas para uma variedade de aplicações de engenharia devido às suas interessantes propriedades, como boa fundibilidade, boa resistência ao desgaste e baixa expansão térmica [10-11], sendo utilizadas na fabricação de pistões automotivos [12].

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a produção das amostras da liga Al-11%Si-5%Ni (composição eutética), os elementos alumínio, níquel e silício, com pureza comercial, foram fundidos em um cadinho de SiC, revestido internamente com uma suspensão à base de alumina, dentro de um forno tipo mufla, em torno de 800 °C. Foi utilizada uma lingoteira de molde cilíndrico, fabricada em aço inoxidável AISI 310, com uma base de aço carbono AISI 1020. As paredes internas da lingoteira foram revestidas com uma camada interna de alumina, evitando a contaminação do metal líquido e impedindo a troca de calor pelas laterais da lingoteira. Termopares tipo K foram posicionados longitudinalmente ao longo da lingoteira para o registro da evolução da temperatura durante a solidificação.

Após a fusão e homogeneização da liga, a mesma foi vertida na lingoteira acoplada em um dispositivo de solidificação unidirecional [13]. Nesse dispositivo, a temperatura no interior do lingote pode ser controlada por meio de resistências elétricas. Quando a temperatura no líquido correspondeu à 10% acima da temperatura eutética ($T_E = 568$ °C), as resistências elétricas foram desligadas e um fluxo de água foi acionado, atingindo a base da lingoteira e promovendo uma extração unidirecional de calor, induzindo uma direção preferencial de crescimento dos grãos. Com os dados obtidos pelos termopares, estimou-se o perfil da taxa de resfriamento ao longo do lingote.

A fim de se verificar a macroestrutura, parte do lingote foi lixado até 400 mesh, seguido de um ataque químico com água régia (3 partes de HCl para 1 de HNO₃).

Para reduzir a influência da alteração da microestrutura no tratamento superficial de refusão a laser (RSL), utilizou-se uma porção do lingote onde as taxas de resfriamento apresentavam pouca variação. As amostras foram lixadas até granulometria de 400 mesh para melhorar o acabamento superficial.

Devido à reduzida absorvidade do alumínio e suas ligas, o tratamento a laser torna-se ineficiente pela redução da capacidade de acoplamento do feixe de laser com a amostra. Essa reduzida absorvidade, e consequente elevada refletividade, é particularmente crítica para alguns comprimentos de onda do laser, atingindo valores próximos da unidade para o laser de CO₂ utilizado nesse trabalho. Dessa forma, as amostras foram jateadas com areia, tornando a superfície da amostra difusa, facilitando assim, o acoplamento do laser com a liga Al-11%Si-5%Ni e aumentando a sua absorvidade [6].

Para a realização do tratamento superficial de refusão a laser, foi utilizada uma máquina de laser CO₂ *Mazak Super Turbo-X510 Champion*, do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron - LNLS - CNPEM. Os parâmetros operacionais utilizados no RSL foram velocidade de varredura (V) e potência do laser (P). Para avaliar a melhor combinação desses parâmetros sobre o tratamento, seis combinações de parâmetros foram estabelecidas e para cada uma dessas combinações foi feito uma trilha do tratamento. Essas combinações estão descritas na Tabela 1.

Tabela 1. Parâmetros utilizados na refusão a laser, onde P é a potência do laser e V a velocidade de varredura.

Trilha	P [W]	V [mm/min]
1	500	1000
2	500	1250
3	750	1000
4	750	1250
5	1000	1000
6	1000	1250

As amostras contendo as seis trilhas tratadas foram cortadas transversalmente à direção de deslocamento do feixe laser em 2 partes com uma cortadora de precisão refrigerada, modelo *Isomet 4000*, lixada até 1200 mesh e polida com pasta de diamante até granulometria de ¼ µm. Cada uma das 2 seções de cada trilhas foi analisada em um microscópio óptico OLYMPUS GX41, fonte de luz de 100 W, com o auxílio do *software* OLYMPUS Stream Essentials®. As imagens obtidas foram analisadas com o *software* Image J, para obter as dimensões da poça de fusão (profundidade e largura da poça).

Para selecionar os conjuntos de parâmetros que apresentaram melhores resultados, foram utilizados dois critérios: o primeiro diz respeito à qualidade da microestrutura, de modo que foram excluídas trilhas onde houve a excessiva formação de poros; já o segundo critério se refere às dimensões da poça fundida, de modo que maiores dimensões indicam maior eficiência do tratamento. Concomitantemente, foram obtidas imagens por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da trilha 5, que apresentou as maiores dimensões da poça de fusão e da trilha 6, que apresentou boa qualidade de refino de grãos.

Nas trilhas escolhidas, os efeitos do tratamento de refusão a laser sobre a microdureza da liga estudada foram analisadas através de um microdurômetro Vickers HMV-2, da

Shimadzu. Nos ensaios foi utilizada uma carga de 0,2 kgf por um intervalo de tempo de 15 segundos, efetuando dez medições na seção transversal de cada trilha analisada.

Para a medição do espaçamento microestrutural, foi empregado o método do triângulo [14], que mede o espaçamento dendrítico primário. Mediu-se a distância (L_i) entre o centro de três dendritas vizinhas entre si, e um espaçamento dendrítico médio (λ_1) foi obtido (Equação 1):

$$\lambda_1 = \sum_{i=1}^3 \frac{L_i}{3} \quad (1)$$

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A partir do processo de resfriamento empregado na solidificação do lingote foi possível obter o perfil da taxa de resfriamento (\dot{T}) (Figura 1) em função da posição no lingote (H) tendo a interface metal/molde como posição de origem. Nota-se que a taxa de resfriamento próxima da interface metal/molde é bastante elevada e decresce à medida que H aumenta até uma posição em que \dot{T} é praticamente constante ($H > 60$ mm). A partir dessa posição, a taxa de resfriamento foi da ordem de 1 °C/s.

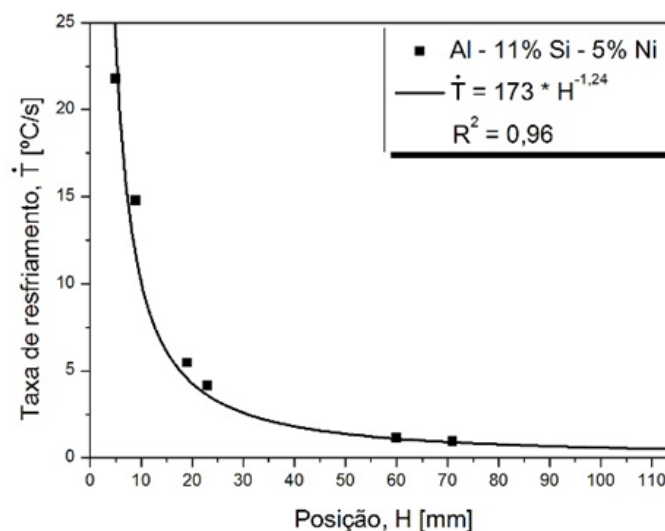


Figura 1. Taxa de resfriamento em função da posição no lingote.

O processo de solidificação unidirecional ascendente induziu uma direção preferencial no crescimento dos grãos, formando uma macroestrutura colunar, como se observa na Figura 2. Para o tratamento de refusão superficial a laser, as amostras foram retiradas entre as posições 60 e 120 mm, com \dot{T} iguais a 1,09 e 0,46 °C/s, respectivamente, com características microestruturais mais homogêneas, devido à estabilização da taxa de resfriamento.

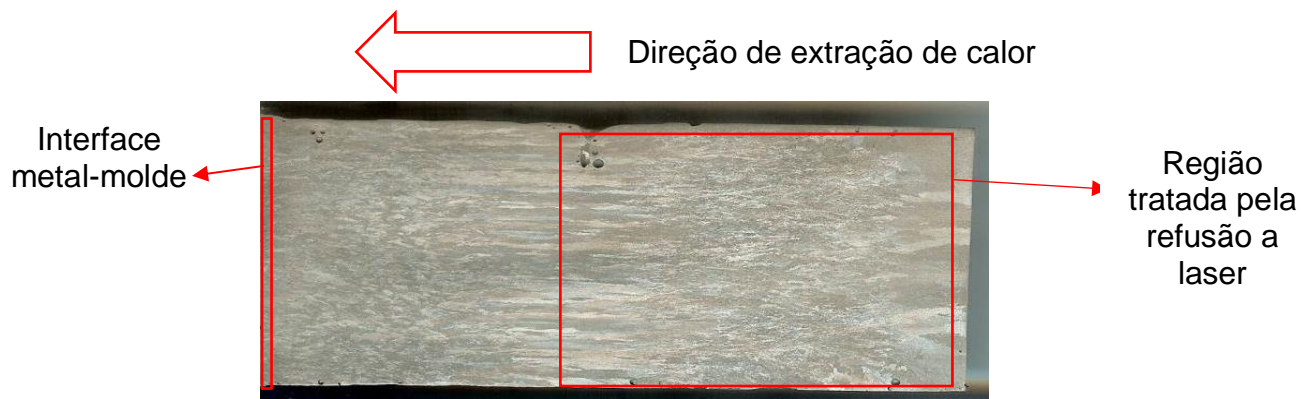


Figura 2. Macroestrutura obtida no resfriamento unidirecional ascendente.

Após a obtenção das sete trilhas por refusão a laser, fez-se a análise das poças fundidas em microscopia óptica. É possível observar na Figura 3 que na região não tratada, a microestrutura é constituída por uma matriz de α -Al e as fases Si e Al_3Ni , conforme prevê o seu diagrama de fases [10], enquanto que a região tratada apresenta uma microestrutura muito refinada. Resultados semelhantes com relação ao refino microestrutural foram obtidos para ligas dos sistemas Al-Fe, Al-Ni, Al-Si e Al-Cu [15-18].

Percebe-se ainda a presença de alguns poros na poça fundida como mostrada na Figura 3, referente à trilha 5. Essa formação de poros foi mais acentuada em trilhas nas quais as configurações de parâmetros propiciaram maior aporte energético à amostra, isto é, maior potência P e menor velocidade V , provavelmente causando ebulição do metal líquido.

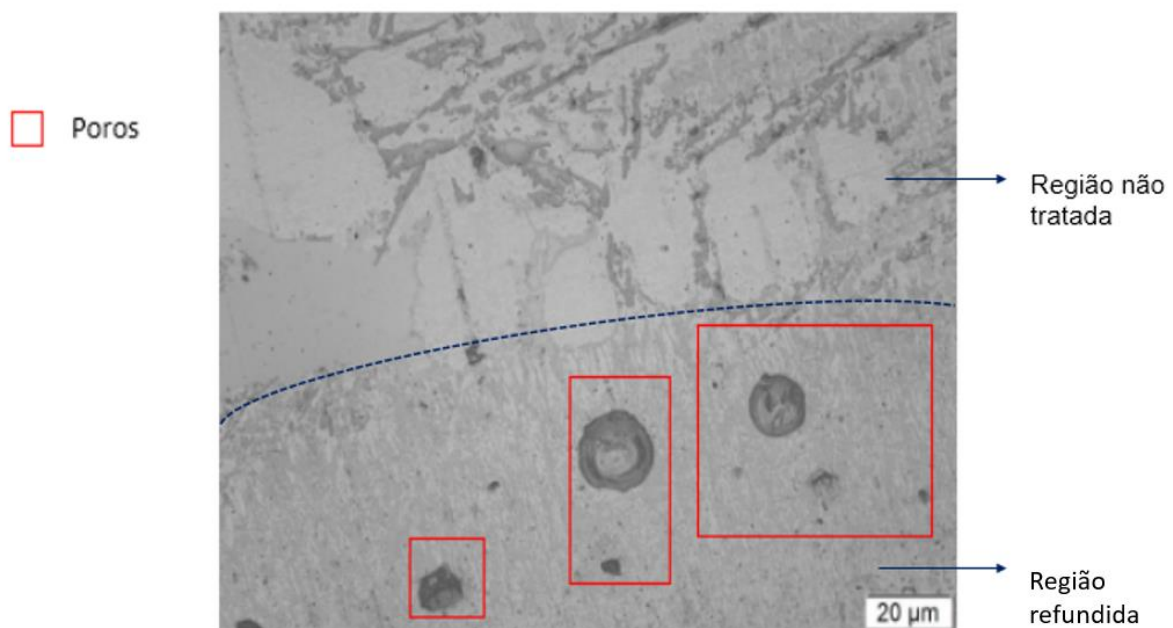


Figura 3. Região de transição e poros na trilha 5.

A profundidade e largura de cada poça foram organizadas na Tabela 2 para análise da influência que cada parâmetro exerce sobre as dimensões da poça fundida, que por sua vez, se relacionam com a eficiência do tratamento superficial a laser.

Tabela 2. Dimensões das poças fundidas.

Parâmetro	P [W]	V [mm/min]	Profundidade [μm]	Largura [μm]
1	500	1000	140	496
2	500	1250	127	447
3	750	1000	146	502
4	750	1250	126	462
5	1000	1000	240	647
6	1000	1250	205	576

Com os dados obtidos, pode-se perceber que o aumento da potência P e a redução da velocidade fizeram com que tanto a profundidade quanto a largura da poça fundida aumentassem suas dimensões, o que se explica pelo maior aporte energético à superfície da amostra.

A partir do critério das dimensões da poça fundida, foi escolhida a trilha 5, e pelo critério de qualidade do refino, priorizando-se a menor formação de porosidade, selecionou-se a trilha 6. Nessas trilhas utilizou-se o microscópio eletrônico de varredura (MEV) para obter imagens com maior ampliação, procurando um melhor entendimento da microestrutura da região tratada (Figura 4).

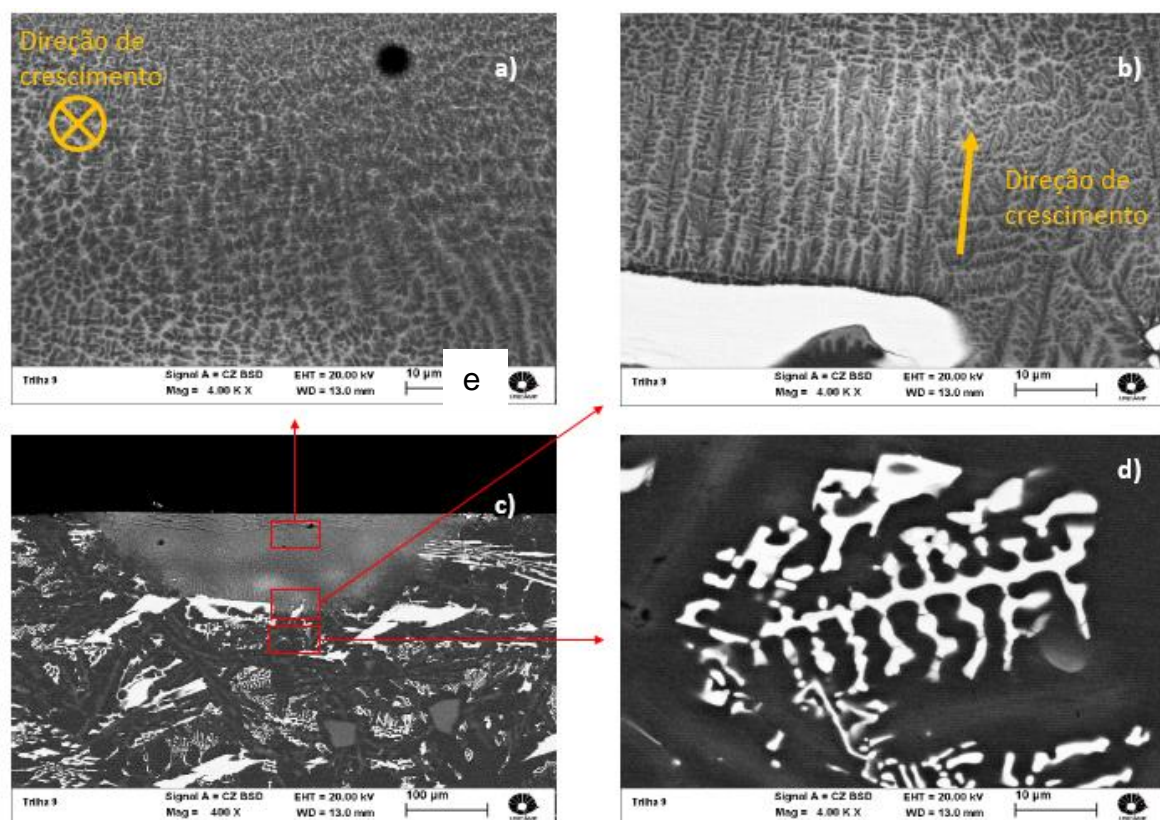


Figura 4. Imagens obtidas da trilha 6 obtidas por microscopia eletrônica de varredura: a) interior da poça fundida; b) região de transição entre o substrato metálico e a poça fundida; c) poça refundida; d) detalhe do intermetálico Al_3Ni no substrato.

Conforme a Figura 4.c (região não tratada) a fase escura é a matriz de α -Al, a fase cinza é Si e a fase clara é o intermetálico Al_3Ni (Figura 4.d), sendo que estes dois últimos têm a morfologia de placas irregulares. Apresentando um grande contraste com o substrato, observa-se na região tratada (Figura 4.a) uma estrutura muito mais refinada. No fundo da poça de fusão (Figura 4.b), percebe-se uma estrutura eutética lamelar formada principalmente por dendritas de α -Al e região interdendrítica eutética. Analisando a microestrutura em direção à superfície da poça, há mudança na direção de crescimento das dendritas, de forma que elas crescem perpendicularmente ao fundo da poça fundida até atingir direção paralela à velocidade do feixe do laser [16,17]. Na posição central, percebe-se um padrão eutético irregular, que também é formado por dendritas e região eutética interdendrítica.

Após a passagem do laser e refusão da fina camada do material, o fundo da poça fundida inicia com taxa de resfriamento (\dot{T}) igual a zero. Essa taxa de resfriamento cresce até atingir um valor constante à medida que se aproxima da superfície da poça. Já a velocidade de solidificação se inicia em zero no fundo da poça fundida e cresce até um valor máximo na superfície da poça, aproximando-se do valor da velocidade de deslocamento do feixe [15].

Nas trilhas selecionadas, a medição do espaçamento dendrítico primário (λ_1) nas regiões tratadas pelo laser foi realizada por meio do método do triângulo, e resultou que os λ_1 das trilhas 5 e 6 são, respectivamente, $0,86 \pm 0,16$ e $1,25 \pm 0,24$ μm . É notório que λ_1 varia de acordo com a posição de análise da poça, já que há uma transição da direção de crescimento das dendritas e a velocidade de crescimento não é constante. Na região próxima à superfície, o espaçamento médio obtido foi menor do que na região do fundo da poça fundida. Entretanto, foi admitido um λ_1 médio, considerando toda a poça, pois é difícil definir a extensão de cada região. O valor de λ_1 obtido em cada trilha mostrou uma forte relação com os parâmetros utilizados no tratamento a laser. Isto é, trilhas que receberam maior aporte energético (maior P e menor V) obtiveram menor valor de λ_1 .

O ensaio de microdureza Vickers realizado nessas trilhas indicou elevado aumento de dureza da região tratada quando comparada com a liga não tratada, chegando a um aumento de até 88%. Os valores de microdureza Vickers para as trilhas 5 e 6 foram, respectivamente, $143,0 \pm 12,1$ e $139,6 \pm 13,4$ HV.

Uma correlação entre o espaçamento dendrítico e a microdureza (HV), expressa seguindo o formato da equação de Hall-Petch (HV em função de $\lambda_1^{-1/2}$), obtida da referência [19], foi extrapolada para comparar com os resultados provenientes da RSL. Esta correlação, $HV = 50 + 349 * \lambda_1^{-1/2}$, foi determinada para o experimento de solidificação direcional e pode-se notar pela Figura 5 (linha tracejada), que a mesma superestima os valores de dureza obtidos pelo tratamento a laser. Há necessidade portanto, de um ajuste na correlação envolvendo os resultados obtidos da RSL para estender a sua validade até microestruturas mais refinadas, chegando-se a expressão: $HV = 70 + 72 * \lambda_1^{-1/2}$ (linha contínua na Figura 5).

Evidentemente esta última correlação pode ainda ser atualizada quando outros processos permitirem taxas de resfriamento que possam obter microestruturas na faixa de $0,1 < \lambda_1^{-1/2} < 1$. É possível analisar de maneira quantitativa que houve acentuado refino da microestrutura e o aumento da dureza após o processo de refusão a laser. Esse aumento demonstra a efetividade do tratamento a laser no aumento da microdureza da liga Al-11%Si-5%Ni. Tal fenômeno decorre do maior refinamento da microestrutura e da maior homogeneidade na distribuição de partículas intermetálicas [15].

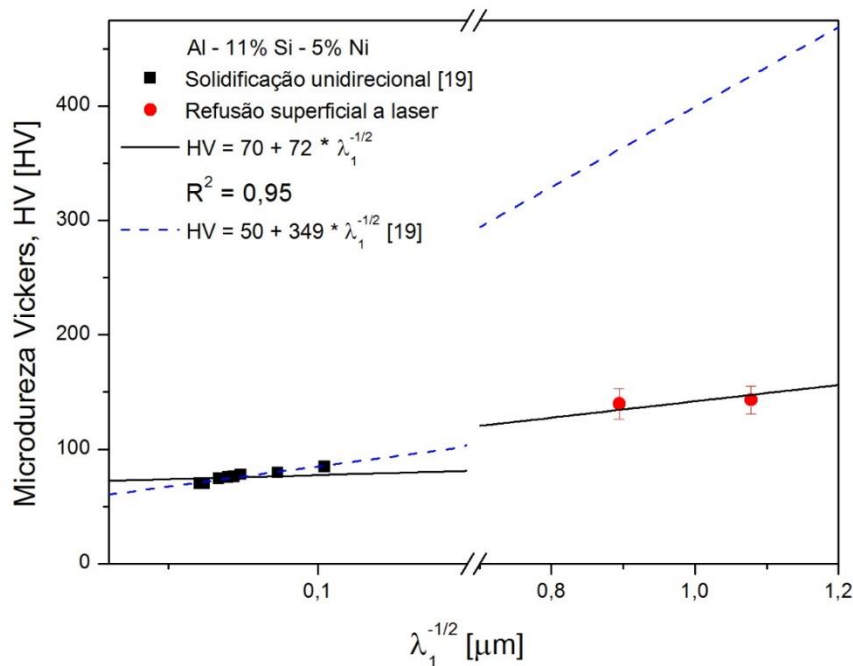


Figura 5. Relação entre a microdureza vickers (HV) e o espaçamento dendrítico primário (λ_1).

4 CONCLUSÃO

A partir dos resultados obtidos nesse trabalho, é possível concluir que o tratamento superficial por refusão a laser é bastante eficiente quanto ao refinamento da microestrutura de uma liga Al-Si-Ni, em uma composição eutética, fazendo com que se formasse uma fina camada de até 240 μm de profundidade.

Concluiu-se ainda que há elevada influência dos parâmetros utilizados nos resultados obtidos: o incremento da potência do laser resulta em poças de fusão com maiores dimensões, enquanto o aumento da velocidade do feixe apresenta resultado inverso. Outro efeito observado, de acordo com os parâmetros utilizados, foi o aparecimento de poros, associados a parâmetros que aportaram elevada quantidade de energia na amostra a ser tratada.

O tratamento a laser também se mostrou bastante eficiente no incremento da microdureza da liga, de modo que foi observado um aumento de até 88% da microdureza Vickers da amostra tratada em comparação com a amostra não tratada pelo laser. Esse aumento é uma consequência direta do refino da microestrutura e da redistribuição mais homogênea do Si e do intermetálico da liga Al-11%Si-5%Ni, e está associado com o reduzido espaçamento dendrítico obtido com o tratamento superficial ($\lambda_1=0,86\pm 0,16 \mu\text{m}$), de acordo com a equação $HV = 70 + 72 * \lambda_1^{-1/2}$.

Agradecimentos

Os autores gostariam de agradecer o apoio financeiro concedido pelo órgão de fomento Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq e o Serviço de apoio ao Estudante - SAE da Universidade Estadual de Campinas. Os autores também agradecem ao LNLS – CNPEM por permitir o uso das instalações.

REFERÊNCIAS

- [1] Kaya H, Aker A. Effect of alloying elements and growth rates on microstructure and mechanical properties in the directionally solidified Al-Si-X alloys. *Journal of Alloys and Compounds*. 2017;694:145-154.
- [2] Rout PK, Ghosh MM, Ghosh KS. Microstructural, mechanical and electrochemical behaviour of a 7017 Al-Zn-Mg alloy of different tempers. *Materials Characterization*. 2015;107:49-60.
- [3] Dursun T, Soutis C. Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys. *Materials and Design*. 2014;56:862-871.
- [4] Spies H-J. Surface engineering of aluminium and titanium alloys: an overview. *Surface Engineering*. 2010;26(1-2):126-134.
- [5] Dutta Majumdar J, Manna I. Laser material processing. *International Materials Review*. 2011;56(5/6):341-388.
- [6] Quazi MM, Fazal MA, Haseeb ASMA, Yusof F, Masjuki HH, Arslan A. Laser-based surface modifications of aluminum and its alloys. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*. 2016;41:106-131.
- [7] Pariona MM, Teleginski V, Santos K, Lima AAOC, Zara AJ, Micene KT, Riva R. Influence of laser surface treated on the characterization and corrosion behavior of Al-Fe aerospace alloys. *Applied Surface Science*. 2013;276:76-85.
- [8] Betts JC. Laser surface modification of aluminium and magnesium alloys. In: Ding H, editor. *Surface Engineering of Light Alloys*. Cambridge: Woodhead Publishing Limited. 2010. p. 444-474.
- [9] B. Basu, A.W. Date, Numerical study of steady state and transient laser melting problems – I. Characteristics of flow field and heat transfer, *Int. J. Heat. Mass. Tran.* 33 (1990) 1149-1163.
- [10] Büyük U, Engin S, Maraşlı N. Microstructural characterization of unidirectional solidified eutectic Al-Si-Ni alloy. *Materials Characterization*. 2011;62:844-851.
- [11] Richter A, Chen C-L, Smith R, McGee E, Thomson RC, Kenny SD. Hot stage nanoindentation in multi-component Al-Ni-Si alloys: Experiment and simulation. *Materials Science and Engineering A*. 2008;494:367-379.
- [12] Zeren M. The effect of heat-treatment on aluminum-based piston alloys. *Materials and Design*. 2007;28(9):2511–2517.
- [13] Bertelli F, Brito C, Ferreira IL, Reinhart G, Nguye-Thi H, Mangelinck-Noël N, Cheung N, Garcia A. Cooling thermal parameters, microstructure, segregation and hardness in directionally solidified Al-Sn-(Si;Cu) alloys. *Materials and Design*. 2015;72:31-42.
- [14] Çadırlı E, Büyük U, Engin S, Kaya H, Maraşlı N, Ülgen A. Experimental investigation of the effect of solidification processing parameters on the rod spacings in the Sn-1.2 wt.%Cu alloy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2009;486:199-206.
- [15] Bertelli F, Meza ES, Goulart PR, Cheung N, Riva R, Garcia A. Laser remelting of Al-1.5 wt.%Fe alloy surfaces: Numerical and experimental analyses. *Optics and Lasers in Engineering*. 2011;49:490-497.
- [16] Cheung N, Cruz KAS, Canté MV, Spinelli JE, Ierardi MCF, Garcia A. Numerical and experimental analysis of rapidly solidified laser remelted Al 5wt pct Ni surfaces. *International Journal of Microstructure and Materials Properties*. 2010;5(2/3):193-208.
- [17] Osório WR, Cheung N, Peixoto LC, Garcia A. Corrosion resistance and mechanical properties of an Al 9wt%Si alloy treated by laser surface remelting. *International Journal of Electrochemical Science*. 2009;4:820-831.

[18] Cheung N, Pinto MA, Ierardi MCF, Garcia A. Numerical and experimental analysis of laser surface remelting of Al-15Cu alloy sample. Surface Engineering. 2005;21(5-6):473-479.

[19] Kakitani R. Solidificação transitória das ligas Al-11%Si e eutética Al-11%-5%Ni: Parâmetros térmicos, microestrutura e propriedades mecânicas [dissertação]. Campinas: Universidade Estadual de Campinas; 2017.